УДК 621.762.2:621.762.5

В.Г.ЛЮЛЬКО, К.К.ШУГАЙ, А.В.ЛЮЛЬКО, С.А.МАЛОФЕЕВА

РАЗВИТИЕ ТЕХНОЛОГИИ ТЕРМОСИНТЕЗА В ВИБРИРУЮЩЕМ СЛОЕ ПОРОШКОВЫХ МИКРОКОМПОЗИТОВ

Проанализировано современное состояние научных изысканий и технологии получения функциональных порошковых материалов разнообразного назначения – конструкционных, электротехнических, абразивных – из предварительно подготовленных дисперсных порошков-микрокомпозитов. Основополагающим приемом новых технологических подходов является кратковременный термосинтез компонентов в вибрирующем слое, позволяющий зафиксировать некоторую связь исходных составляющих в виде «матричный порошок + металлические и металлоидные присадки».
Ключевые слова: *порошковые микрокомпозиты, термосинтез, вибрирующий слой, моделирование, композиционные материалы, симплексные диаграммы, спеченные материалы.*

Введение. Технологии новых материалов, к каковым относятся композиционные порошковые, предполагают непрерывное совершенствование приемов и рецептур с целью обеспечения востребованных функциональных свойств. Порошковая металлургия как научное и технологическое направление, базирующееся в своей основе на приемах композиционирования и последующей консолидации дисперсных сред, имеет поистине неограниченные возможности в фиксации разнообразных составов, а значит, и обеспечении требуемых служебных свойств композиционных материалов. Один из таких приемов – термообработка (термосинтез, терморафинирование, термостабилизация), предложенный около 30 лет назад профессором Л.В. Красниченко [1-3], выделился к настоящему времени в самостоятельное технологическое направление по обеспечению разнообразных функциональных свойств новых разновидностей и модификаций порошковых материалов [4-7].

Динамика формирования и фиксация свойств порошковых материалов существенно зависят от состояния исходных порошков и композиций, их подготовленности и поведения при прессовании и спекании. В частности, существенным является создание и выигрышное использование синтезированного из исходной частицы-микрокомпозита, в своей основе отражающей легированное (гомо- или гетерогенное, градиентное, точечное, оболочковое или слоистое) состояние будущего композиционного материала.

Разнообразные приёмы и виды легирования (композиционирования) порошковых шихт с введением субкомпонентов как финишная операция подготовки шихты к переработке существенно влияют на формирование свойств готового продукта. Тенденцией настоящего времени является создание уже на начальном этапе такого конфигурационно-морфологического вида отдельной частицы или конгломерата, который обеспечивал бы максимальную степень восприимчивости (консолидации) ими прилагаемого технологического воздействия: усилия прессования, температуры и време-

ни спекания, финишной термообработки. Такие связанные («склеенные», предлегированные) порошки на основе железа, меди, металлических сплавов и др., называемые премиксами, создают ведущие фирмы-производители и успешно реализуют для обеспечения повышенного уровня свойств порошковых изделий, получаемых разнообразными методами, в том числе чрезвычайно популярным сегодня прецизионным инжекционным формованием [8-11]. Следует подчеркнуть, что само дисперсное состояние исходных компонентов – порошков и порошковых покрытий (например, ионоплазменных), микрогранул, волокон, а также формирующиеся в процессе спекания и термообработки переходные зоны (кластеры, продукты микросегрегации, диффузии, жидкофазной ликвации и кристаллизации), создают благоприятные условия для формирования ультра-, мезо-, микро- и нанометрических структур с соответствующим благоприятным эффектом [12-15].

Проблемы получения и практического применения материалов с такими структурными составляющими находят своё дальнейшее разрешение в прогрессивных технологических приемах. Получение и дополнительная обработка исходных матричных порошков (железа, меди, керамики, алмазов) в виде формирования определенной временной хемосорбированной и/или диффузионно-связанной поверхности и соответствующей морфологии (рельефа, фрактала) как некоторой субстанции матричного материала (например, точечных высокодисперсных оксидов, нитридов), а также целенаправленное нанесение точечных покрытий и так называемое внутреннее азотирование (оксидирование, нитрирование, фосфатирование, сульфидирование и др.) открывают широкие возможности в создании порошков с ультратонкими субмикронными и нанометрическими эффектами, реально проявляющимися в создании композиционных материалов нового уровня свойств [14,15].

Из разнообразных приемов получения композиционных порошков определенные преимущество имеют так называемые «сухие» способы, когда синтез необходимых структур происходит по принципу гетерогенных топохимических реакций. Аппаратурно-технологическое оформление этих процессов обычно включает основной реактор синтеза и вспомогательную систему подготовки и подачи присадочного материала. При этом высокодиспергированное состояние последнего (вплоть до золь-, гель-состояния) предопределяет размерный фактор осаждаемой фазы, вид и интенсивность её роста, характер взаимодействия с матричным материалом. В качестве технологического интенсифицирующего фактора может быть использован прием наложения низкочастотных вибраций на реактор с реагирующими компонентами, помещенный в нагревательное устройство [1-4,16-18].

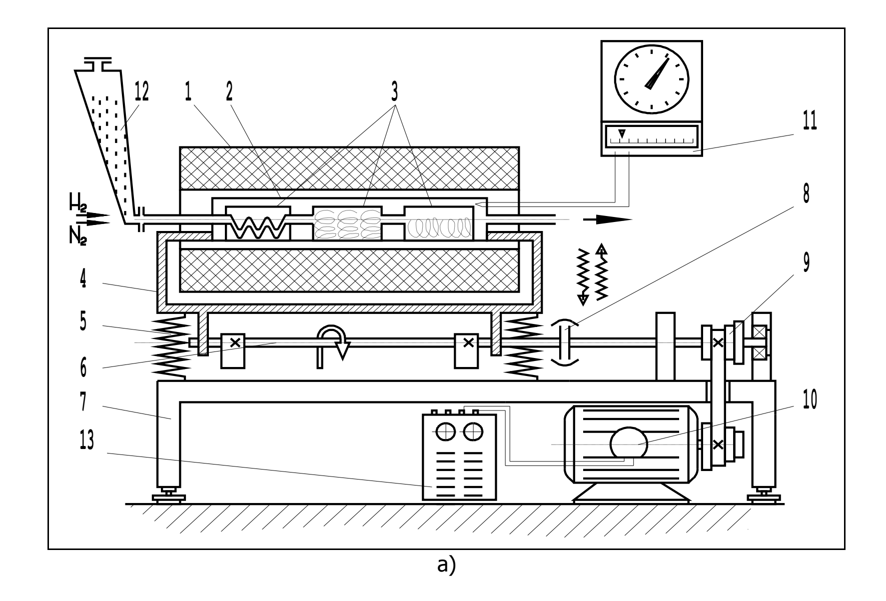
Сущность метода получения композиционных порошков вида «матрица+присадка». Технологический прием в виде наложения низкочастотных (25-50 Гц) вибраций на реактор с порошком является важнейшей предпосылкой успешного решения поставленной задачи создания требуемых композиционных порошков.

Вибрационное псевдоожижение – вибрирующий (виброкипящий, вибровращающийся, вибропульсирующий и т.п.) слой [18] – обеспечивает многократное увеличение объема слоя и его высокопористую структуру, снижает вязкость и устраняет взаимоэкранирование частиц. Специально разработанными приемами вибрационного воздействия возможно разруше-

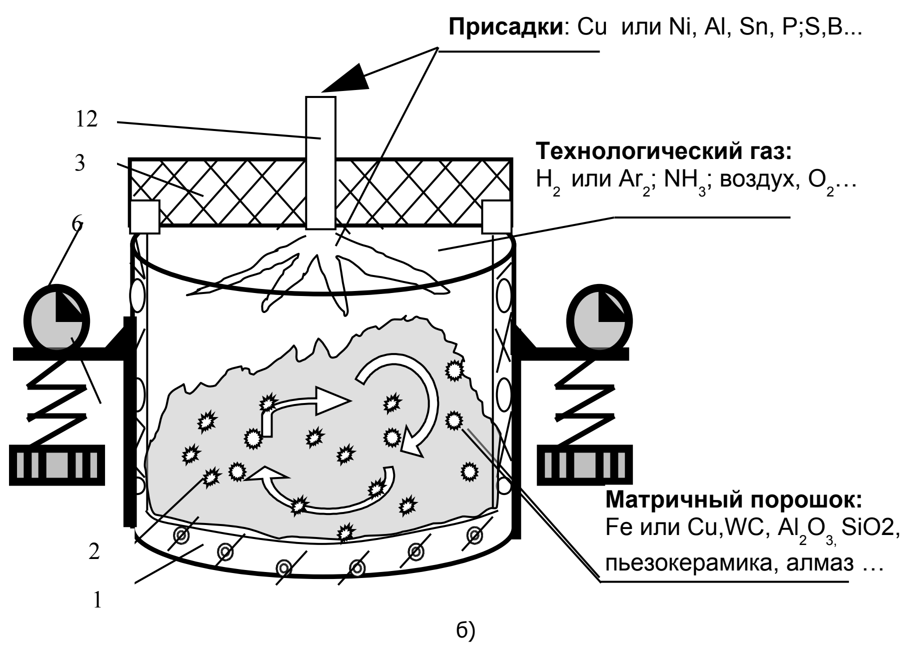
ние когезионных связей частиц, увеличение относительной скорости движения, создание дополнительной турбулентности потока, и тем самым увеличения площади и кратности межфазового взаимодействия с газовой средой, значительной интенсификации процессов тепло- и массообмена. Равномерное распределение температуры и фильтрующего газа, несущего осаждаемый компонент, активное перемешивание дисперсного материала создают благоприятные условия для получения конечных продуктов однородных по составу и свойствам. При этом гетерогенное взаимодействие компонентов осуществляется на уровне индивидуальной частицы, на периферии и в приповерхностном слое которой формируется тонкодисперсная структура присадочного материала или осуществляются микрофазные превращения.

Экспериментальное и пилотное технологическое оборудование. Анализ разнообразных вариантов конструкций установок (вертикального и горизонтального типа, проходные, циклические и др. [1-4,16-18]) и их экспериментальное апробирование позволили создать экспериментальную установку универсального типа для проведения физико-химических и кинетических исследований термосинтеза порошков в вибрирующем слое (рис.1). Ее возможности позволяют в широком диапазоне менять и контролировать рабочие параметры вибрационного псевдоожижения (амплитуда до 8 мм при необходимости, обычно 2-4 мм; частота – 23, 33, 42, 50 Гц, изменяется ступенчато), температурно-временные факторы: температура до 1100 °С; время от 5 мин до нескольких часов; рабочая газовая среда – окислительная, восстановительная, нейтральная, а также вакуум (низкий 10 Па) и автоатмосфера продуктов реакции, разбавляемая нейтральным газом. Сменный рабочий реактор 2 (это может быть закрытый или полуоткрытый контейнер – капсула 3 – их может быть несколько) с обрабатываемым дисперсным материалом находится внутри нагревателя 1, имеющего независимую опору. Сам же реактор жестко связан с вибрирующей рамой 4, опирающейся через пружины 5 на массивное основание 7 установки. Вибрации создаются при вращении механического вибратора 6 от собственного привода 8,9,10 с клиноременной передачей 9 и эластичной предохранительной муфтой 8 или двигателя постоянного тока, имеющего бесступенчатую регулировку скорости вращения от источника постоянного тока 13. Частота вибраций определяется скоростью вращения вибратора (может также регулироваться дополнительно, ступенчато), а амплитуда зависит от положения и массы дебалансных грузов (их две пары) на валевибраторе. Установка может быть дополнена специальными агрегатами пиролиза компонентов: отдельной печью, вакуумной системой или дополнительной продувкой газом [17].

Работает установка следующим образом. Исходный порошок-матрица (Fe; Cu; SiO_2, SS, HSS, керамика, алмазы и др.) загружается в вибрирующий реактор с определенным коэффициентом заполнения, что создает разный характер вибрирующего слоя (вращающийся, фонтанирующий). Одновременно в реактор подается технологическая газовая среда. В зависимости от назначения обработки это может быть воздух (оксидирование и сушка), водород (восстановление), диссоциированный аммиак или азот.



а)



б)

Рис.1. Схема установки горизонтального типа: а – вверху общий вид;
б – сечение реактора установки вертикального типа

Введение присадочного компонента «L» (металлического Cu, Ni, Sn, Si, Al, Zn, металлоидов – P, S, B) обычно осуществляется в виде его кристаллической соли: например, фосфат аммония однозамещенный $(NH_4)H_2PO_4$ как источник фосфора; хлористая медь (CuCl), дихлорид олова ($SnCl_2$) и другие, как носители соответствующего элемента. Подвергаясь пиролизу при рабочей температуре, носитель легирующего элемента образует летучие компоненты, объем и концентрация которых могут быть заранее рассчитаны, и в виде газового облака пронизывает вибрирующий слой

порошка-основы и осаждается на нем. Возможно также доведение легирующей фазы (например, серы) до парогазового состояния в отдельной реторте с последующим ее перенесением, например, азотом в основной реактор и осаждением (конденсацией) на матрице [16, 17].

Выбором термодинамически благоприятных температур процесса взаимодействия "матрица – присадка" обеспечивается по крайней мере первоначальное адсорбционно-механохимическое взаимодействие компонентов, а увеличение времени обработки позволяет закрепить и наращивать осаждаемый слой до получения требуемой толщины.

Моделирование взаимодействия компонентов. Моделирование процессов гетерогенного синтеза композиционных порошков применительно к низколегированным композитам основывается на их структурно-морфологическом состоянии (конфигурационная модель) и порядке тех физико-химических процессов, которые происходят или возможны в реакционном пространстве [19-21]. Строение порошков может представлять собой ядро (сердцевину) основного материала (железо, медь и их сплавы, минералы, керамика) с поверхностными включениями (точками, пятнами, оболочкой) легирующих компонентов (меди, фосфора, серы, бора, железа и др.). Физико-химические процессы, проходящие в реакторе с контролируемой парогазовой фазой, могут обеспечить рафинирование основы (ядра) от нежелательных примесей (оксидов, углерода), осаждение поверхностных присадок (одной или нескольких, одновременно или последовательно), формирование морфологии поверхности частиц и зоны соединения компонентов.

В условиях вибрационного псевдоожижения, когда создается высокопористый слой порошка-основы (обозначим его как "Me"), пронизываемый газом с легирующим компонентом ("L", концентрации C_Lпри потоке $I_L = f(C_L)$, возможно представление каждой частицы порошка на индивидуальном уровне в ее локальном взаимодействии с газовой фазой. Заметим, что в обобщенном представлении под компонентом "L" подразумевается как насыщающая фаза (медь, никель, олово, фосфор, сера и др.), так и удаляемая примесь (кислород, углерод), взаимодействующая с газовыми компонентами (H_2; H_2O; H_2S). Поток газа, легко пронизывая псевдоожиженный слой порошка, исключает затруднения в подводе реагентов к поверхности каждой частицы (отсутствуют затруднения "внешней" диффузии), а экранирование частиц друг друга весьма несущественны.

В соответствии с современными представлениями теории адсорбционно-автокаталитического (диффузионно-кинетического) взаимодействия металлов с газами (основоположником считается профессор С.Т. Ростовцев), процесс может быть разбит на условные элементарные стадии, начиная от подвода газового потока к частице и оканчивая десорбцией газообразных продуктов реакции и их унос с реакционной поверхности.

В результате взаимодействия твердой и газообразной фаз на поверхности частиц формируется поверхностный слой [Me/L + L], толщина которого определяется параметрами термоплакирующей (термодиффузионной) обработки: концентрацией диффузанта, температурой и временем процесса. Собственно искомым является время τ процесса получения необходимого продукта - композиционного порошка с покрытием определенной толщины или чистого порошка с удаленной поверхностной пленкой или фиктивным слоем (характеризуются степенью превращения α, т.е. со-

отношением, например окисленности порошка по O_2 – до и после обработки) при определённых других параметрах.

Обобщенная математическая модель процесса представляет собой совокупность уравнений, описывающих одну или несколько стадий. Практически достаточно частым является описание в форме зависимости технологического времени (τ) обработки или роста шарообразного точечного покрытия радиуса r(τ) от состояния исходного материала α, рабочей температуры (T) и физических констант: константы скорости реакции K^o, энергии активации E, газовой постоянной, например:

$$\tau = \left[1-\left(1-\alpha\right)^{\frac{1}{3}}\right]^{n} / K^{o}\exp\left(-E/RT\right) \qquad (1)$$

(n=1 – хим. реакция
n=2 -диффузия)

$$\tau = k_3 f\left(\alpha, S_{УД}\right) \cong k_3 S_{УД}. \qquad (2)$$

(адсорбция
на поверхности $S_{уд}$).

Здесь $[1-(1-\alpha)^{1/3}]$ =f* - функция степени превращения (α), вид которой подбирается эмпирически согласно кинетическим закономерностям и физико-химическим признакам модели взаимодействия “частица-газ” с возможностью итерации частных решений по мере развития процесса; $S_{уд}$ – удельная поверхность порошка как изменяющийся фактор при термообработке; численное решение уравнений (1),(2) позволяет охарактеризовать кинетические закономерности процесса, например, по показателю “$1 \le n \le 2$”, и является основой для выбора технологических параметров термосинтеза порошков-микрокомпозитов. Комбинация уравнений (1)-(2) охватывает все возможные случаи термообработки порошков с рафинированием и насыщением компонентов и может решаться совместно или независимо при фиксированном n = 1; 2.

Технологические возможности термосинтеза в вибрирующем слое порошков-микрокомпозитов [19-24]. Разрабатываемая технология, базирующаяся на многочисленных экспериментальных исследованиях, лабораторных и опытно-промышленных апробациях описанного способа обработки дисперсных материалов, постоянно совершенствуется в части расширения номенклатуры синтезируемых материалов, новых технологических и конструкторских решений [17, 19], что позволяет определить современные направления её использования при получении и термообработке порошков-микрокомпозитов, а именно:

- гомогенизирующая термофиксация твердой смазки или связки (стеарат цинка, моно- и полимеры) на порошке-основе;
- кратковременный (0,2-0,5 ч) довосстановительный или смягчающий отжиг порошков металлов – железа, меди, молибдена, их композиций – перед изготовлением из них изделий;
- довосстановление 92-96%-ного металлосодержащего сырья (губчатое железо, некондиционный порошок меди и др.) как вторая стадия дуплекс-процесса получения качественных порошков;
- получение легированных одним или несколькими элементами порошков железа, меди и др. с поверхностным осаждением из газопаровой фазы (термоплакирование) присадочных компонентов: меди, олова, фосфора, серы, бора и др. с формированием уникальной морфологии поверхности (рис.2);

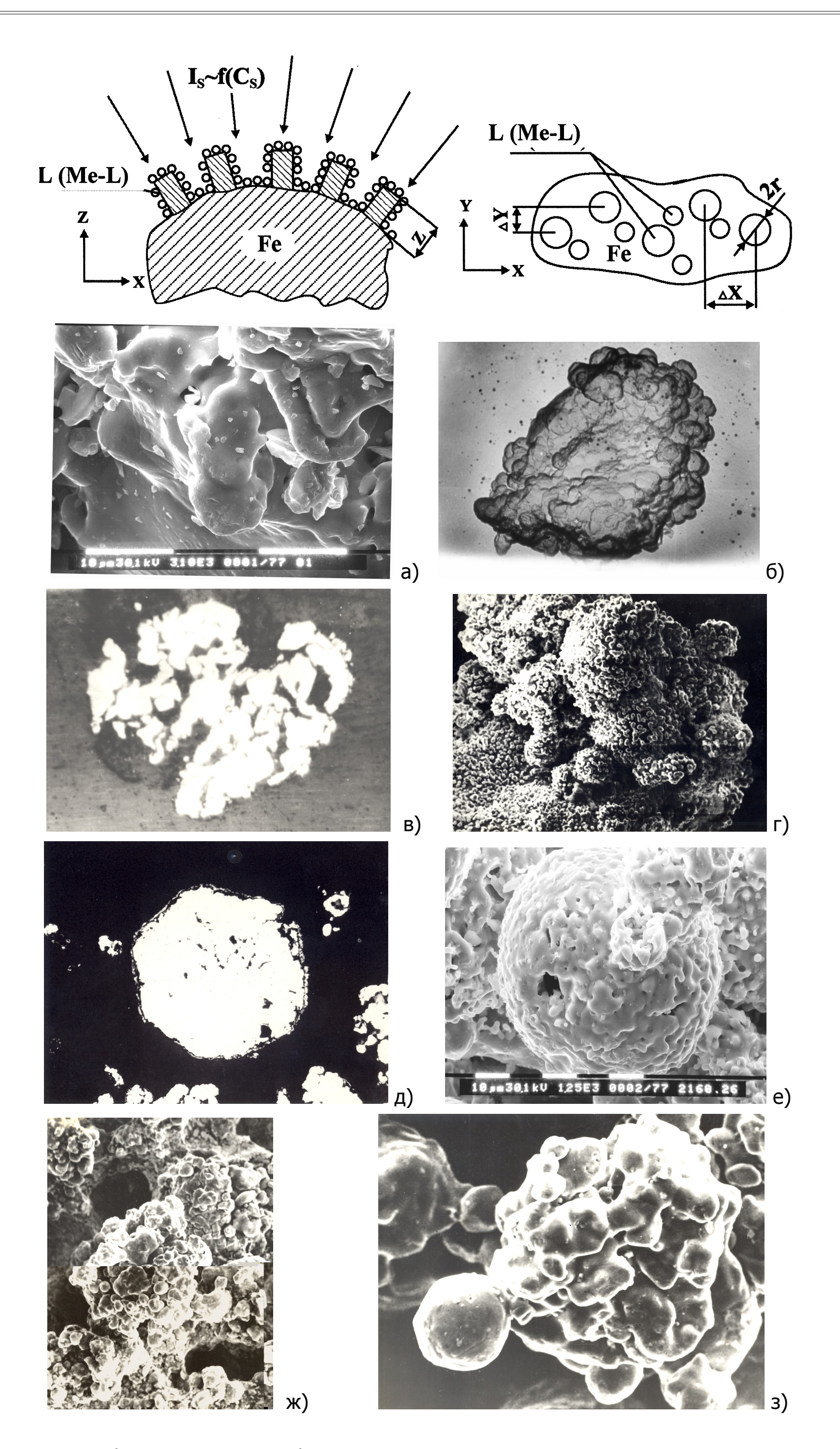


Рис.2. Модель формирования морфологии поверхности при термосинтезе и примеры порошков-микрокомпозитов: а и б – восстановленное железо (а – поверхность, б – сечение, х500); в и г – железо-медь (в – поверхность, г – сечение, х400), д и е – морфология поверхности (микроструктура) легированного фосфором железного порошка из «Липецких» оксидов после терморафинирования и термоплакирования, х500;х100; ж – микрокомпозиты- гранулят карбонильного Fe-порошка после терморафинирования по O_2 и С (поверхность, х800, х2000)

- химико-термическая обработка готовых высоколегированных порошков сталей и сплавов: нержавеющей и быстрорежущей стали, наплавочных твердых сплавов с гомогенным введением технологических присадок (компонентов) – бора, фосфора, – обеспечивающих в дальнейшем жидкофазное спекание;

- поверхностная металлизация (создание подслоя меди, железа, алюминия) на порошках керамики и минералов (например, Al_2O_3;SiO_2, алмазы) с целью облегчения формования и спекания заготовок (рис.3);

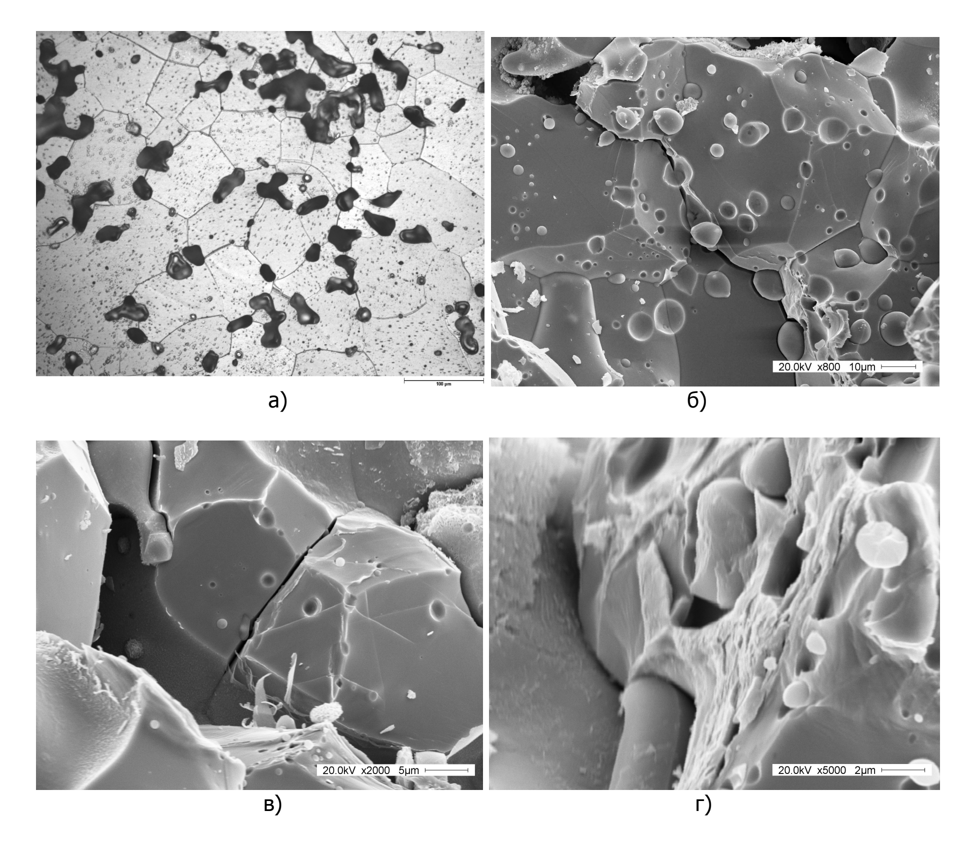


Рис.3. Формирование микроструктуры спеченного материала из Fe/P и- Fe/P+Sn-микрокомпозитов: а – сечение, х500, б, в, г -фрактограммы разрушения, х 800;2000;5000

- низкотемпературная (100-300°С) термообработка порошков, не допускающих повреждения формы частиц (карбонильное железо) или поверхностного органического покрытия;

- переработка стружковых или шламовых отходов мехобработки сталей и сплавов (ШХ15, бронза) в режиме смягчающего отжига или самораспространяющегося горения;

- вакуумная металлизация (ионно-плазменная) порошков металлов и керамики с осаждением нитридов и карбидов (TiN, TiC) на поверхность частиц;

- поверхностное осаждение металлоидов (P,S,B) с целью обеспечения особых функциональных свойств микрокомпозитов, как, например для электротехнических (магнитно-мягких), антифрикционных изделий;

- дополнительное осаждение на готовый микрокомпозит субкомпонента (SK) с получением полиструктурного порошка-микрокомпозита вида Me/L+SK, а именно: Fe/P+Sn; Fe/P +Cu; Fe/Cu +P; Fe/P +Zn/ZnO и др.
- подогрев композиций в защитной среде с одновременной гомогенизацией и их подача при тёплом (композиции типа Fe/P+Sn с органической связкой) и горячем прессовании.

Проработка технологических режимов и выявленные приемы указывают на возможность проведения этих операций по отдельности или в комплексе, с совмещением в одном процессе и агрегате (последовательно-параллельный цикл) например, смешивание, металлизацию и поверхностную обработку, с выдачей готовой шихты непосредственно в зону формирования порошковых изделий.

Практика термосинтеза порошков-микрокомпозитов и производства из них материалов и изделий [21-25]. На основе разработанных общих принципов получения и термообработки чистых (однокомпонентных) и композиционных порошков были реализованы возможности термосинтеза порошков разнообразного назначения: для изготовления спеченных изделий, газотермического и плазменного напыления, индукционной наплавки и свободного припекания (см.таблицу). Обработке подвергались промышленные и экспериментальные порошки на основе железа, меди и их сплавов, быстрорежущей и нержавеющей сталей, керамики и минералов, твердых сплавов и синтетических алмазов с целью формирования у них благоприятных технологических характеристик, предопределяющих в дальнейшем оптимальные режимы изготовления из них материалов и изделий разнообразного назначения: конструкционных, антифрикционных, электротехнических, фильтровых, магнитных. Примеры полученных порошков приведены в таблице. Каждый вид порошков может быть воспроизведен с соблюдением достигнутого качества и использован для изготовления определенных классов изделий – конструкционных и антифрикционных (см.таблицу, поз.1-6), электротехнических (поз.3,4), металлоабразивных (поз.7-9), при этом для каждого материала может быть целенаправленно сформирована определенная структура, вид и морфология частиц композиционного порошка с гомогенным распределением. Так, например, для железофосфорных композиций, используемых для изготовления магнитно-мягких материалов (МММ) (см.рис.2,д,е; рис.3,4; таблицу, поз.9) свойственна совершенно особая картина формирования структуры. По сечению материала наблюдается коагуляция пор, что определяет повышение прочности, подтверждаемое ямочно-осколочным характером разрушения (см. рис.3), совершенно не характерным для порошковых композитов. Причина этого может быть в чрезвычайно мелкодисперсном легировании основы фосфором (субмикронные и нанометрические включения фосфифов), усиливаемое микролегированием металлом (например, оловом) с реализацией тройной системы элементов Me/L-SK =Fe/P+Sn.

Обобщение накопленных результатов, создание информационно-аналитической системы, перспективные проработки. Накопленное информационное поле по созданию новых композиционных материалов с использованием технологии термосинтеза компонентов в вибрирующем слое в настоящий момент остро нуждается в системном анализе, выработке критериев проектирования, тестирования, диагностики материалов для часто меняющихся ситуаций их технического использования. При этом впол-

не возможен и будет оправдан некоторый формализованный подход к решению таких задач в виде создания «справочно-информационной» системы, отвечающей на вопросы о конечных свойствах, так и технологических приемах (возможно по «ноу хау») их обеспечения.

Режимы обработки и свойства композиционных порошков

№ п/п	Порошок, цель обработки	Основные технологические параметры обработки	Приобретенные свойства, форма частиц, морфология	Кинетическое уравнение процесса
1	2	3	4	5
1	ПЖВ 5.160 ($O_2 \approx$ 1,1%), довосстановление	t=500-900 °С τ=10-15 мин. Поточная обработка	$O_2 \approx$ 0,3% Уплотняемость до 7,2 кг/дм³ Губчатый (рис.2,а)	$\left[1-(1-\alpha)^{\frac{1}{3}}\right]^{1,5} = 3{,}87\exp\left(-\frac{10880}{RT}\right.$
2	Fe-карбонил, (O_2=1,0%;C=1,2%), рафинирование по [C] и [O]	t°=550 °С τ=15-20 мин. Цикловая обработка в H_2 с t росы= -10°С	[C] ≈ 0,3-0,4% [O] ≈ 0,4-0,5% частицы (рис.3) сферические, конгломераты есть текучесть	$\lg[C] = 0{,}08 - 0{,}0$ $\lg[O] = -0{,}1 - 0{,}0$ (см. рис.2,е,ж)
3	ПЖВ3 фосфатирование (0,3-1,0%; 1,5-3,0%)P	t=400 °С τ=15+15 мин. Цикловая обработка	Композиционный порошок для магнитно-мягких материалов, губчатый, шершавый (рис.2)	$\tau = \frac{1-(1-\alpha)^{\frac{1}{3}}}{0{,}013},[$ (см. рис.2,д,е)
4	ПР6М5 фосфатирование (0,8-1,0%)P	600°С; 20 мин. Цикловая обработка	Улучшенная спекаемость и уплотняемость	$\tau = \frac{1-(1-\alpha)^{\frac{1}{3}}}{0{,}025},[$
5	Cu/CuO+(2,5-3,0)P фосфатирование, довосстановление	t=500 °С τ=25 мин. Цикловая обработка (×2)	Композиционный порошок, имитирующий фосфористую бронзу	$\tau = \frac{1-(1-\alpha)^{\frac{1}{3}}}{0{,}022},[$
7	Сплав ПГ-СР3, фосфатирование (1,0% P)	600°С; 30 мин. Цикловая обработка	Улучшенная спекаемость, формуемость	$\tau = \frac{1-(1-\alpha)^{\frac{1}{3}}}{0{,}025},[$
8	ПЖВ4.160 довосстановление, сульфидирование (0,5% S)	t°=300 °С τ=25-30 мин. Цикловая обработка	Повышенная уплотняемость, антифрикционность, частицы шероховатые с микровключениями серы	$\tau = \frac{1-(1-\alpha)^{\frac{1}{3}}}{0{,}025},[\text{мин}]$
9	ПЖВ4.160 довосстановление, фосфатирование (1,0- 3,0% P)+ лужение (1,0%Sn)	t=300-500 °С τ=(15-30) мин. (по п.3) +15 мин Цикловая обработка	Повышенная уплотняемость, частицы с микровключениями фосфора и олова для МММ	$1-(1-\alpha)^{\frac{1}{3}\;1{,}5} = 0{,}017\tau$

Моделирование поведения многокомпонентных порошковых систем при прессовании, спекании и при различных условиях эксплуатации –

важная и необходимая часть дизайна порошковых материалов. Поиск закономерностей формирования функциональных свойств в зависимости от составов и технологических параметров их получения открывает новые возможности в, казалось бы, традиционно известных и изученных областях порошковых материалов, что постоянно подтверждается новыми результатами в этой области [1-8].

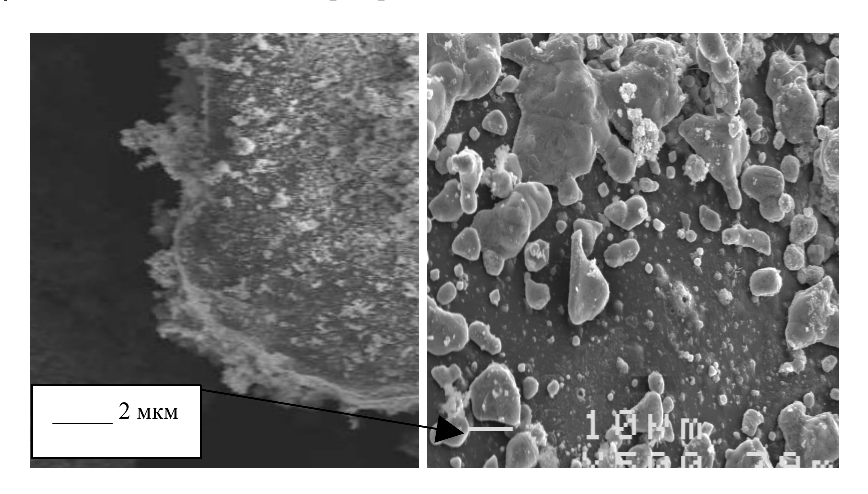


Рис.4. Точечные и пятнистые нанометрические покрытия (200-800 нм) на оксиде алюминия Al_2O_3-Cu/CuO, синтезированные в вибрирующем слое

Диагностика свойств и прогноз поведения сложных композиционных материалов являются основой в проблеме корректного и оптимального их использования для различных машин и механизмов. Это обстоятельство достаточно очевидно, но имеет ограничения в том, что для большинства порошковых материалов нет систематизированных свойств таких материалов буквально по всем их характеристикам: физико-механическим, тепловым, электрическим и др. До недавнего времени это было связано и с определенными техническими трудностями в хранении, накоплении, сборе и обработке больших массивов информационной среды данных, хотя бы по формальным признакам. Развитие компьютерных средств обслуживания переместило решение таких проблем в положительную сторону, однако, нет все еще объединенного формата хранения данных для действующей математической обработки, осуществляемой, например, по методологии планированного эксперимента. В частности, для материаловедческих задач интерес представляет корректное описание зависимостей разнообразных свойств поликомпонентных материалов на пространственных (октаэдр), плоских (треугольник как частный случай сечения) или диаграммах-симплексах «состав-свойство». Для этого может быть эффективно использован инструментарий симплекс-решетчатых планов эксперимента, применяемый в фармацевтике [25].

Развитие такой системы и алгоритма ее функционирования является актуальной для технологии порошковых материалов, открывающей возможности реализации, в частности на симплекс – решетчатых планах активных (действительных, физических) и пассивных (виртуальных)) экспериментов [27-32] и возможности их математико-статистической обработки

и создание рабочих моделей проектирования оригинальных материалов. Таким образом решается научно-пратическая задача проектирования материала и подбора технологических параметров его изготовления. При этом дается алгоритм решения и создается адекватная математическая модель дизайна и тестирования в некотором факторном пространстве нового оригинального материала с требуемыми функциональными характеристиками, а именно, за несколько «элементарных» шагов может быть упрощена процедура подбора компонентов и дано математическое описание сложных взаимодействий факторного пространства, в котором идет анализ свойств. Частным выходом может являться поиск оптимума разного вида: технологического, функционального, экономического. Так, например, трехкомпонентная система порошковых ингредиентов для изготовления конструкционных материалов может быть спроектирована и реализована некоторым оптимальным образом по формализованному алгоритму, в котором за несколько «элементарных» шагов не только упрощается процедура отбора, но и появляется возможность математического описания сложного факторного пространства, в котором идет анализ свойств и поиск оптимума.

Ниже приведен алгоритм, который предполагает следующее:

- проведение конструкторской проработки будущего изделия (2D/3D дизайн). В качестве примера представлен «щит электродвигателя» (рис.5), удачная пропрессовка которого (имеет семь плоскостей формования, большая разноплотность по дну и стенкам – высшая категория сложности) по технологии однократного «прессования-спекания» из железного или железо-фосфорного порошка стала основой его массового производства (было изготовлено изделие «крышка» по программе «Малотоннажная технология» более 250 тыс. шт. [26]);

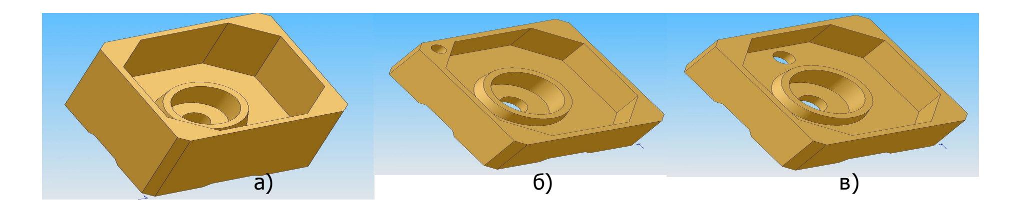


Рис.5. 3D-дизайн порошковых изделий по форме и наличию несовершенств (отверстий, макродефектов): а – увеличенная до 15 мм (~ 60%)по сравнению с исходной (9 мм) высота стенок; б – отверстие, параллельное оси в области углового утолщения; в – в дне

- масштабирование выбранных компонентов шихты в соответствующем функциональном поле, назначение граничных условий по концентрации смешиваемых (подмешиваемых) компонентов, выбор выходной характеристики (отклик в данном случае – это уплотняемость) и степень сложности математического описания (по регрессионному уравнению) (см.рис.4);
- использование полученного уравнения и графической диаграммы «состав-свойства» для прогнозирования свойств и тестирования многокомпонентной системы в любой точке всего факторного поля (симплекса) с последующей оптимизацией

зависимостей на основе реальных и виртуальных (мысленных экспериментов) данных.

Так, в качестве примера представлено изменение прессуемости композиции на основе железного порошка (рис.6, построение осуществлено по экспериментальным узловым точкам, их 15, а линии равного выхода – по виртуальным точкам; их проанализировано более 100 тыс., построенные по уравнению регрессии, адекватно (уровень значимости 5%), описывающее исследованную область изменения концентраций компонентов конструкционного материала:

$$y_{сп}= 6.38x_1+7.2x_2+7.12x_3+0.66x_1x_2+0.64x_1x_3-0.02x_2x_3+0.08x_1x_2(x_1-x_2)-0.53x_1x_3(x_1-x_3)+38.106x_2x_3(x_2-x_3)-0.4x_1x_2(x_1-x_2)^2-0.64(x_1-x_3)^2-76.29x_2x_3(x_2-x_3)^2-35.65x_1^2x_2x_3-115.36x_1x_2^2x_3+188.079x_1x_2x_3^2\ ,$$

где $y_{сп}$ – отклик, в данном случае плотность материала после спекания; $X_1X_2X_3$ – влияющие факторы (доля соответствующего компонента X_1-Fe или технологического фактора: X_2=Ts – температура спекания 1120-1150-1200-1250-1300°С; X_3=Ppr – давление прессования 250-400-500-600-700 МПа в системе композиционирования и консолидации (см.рис.6)).

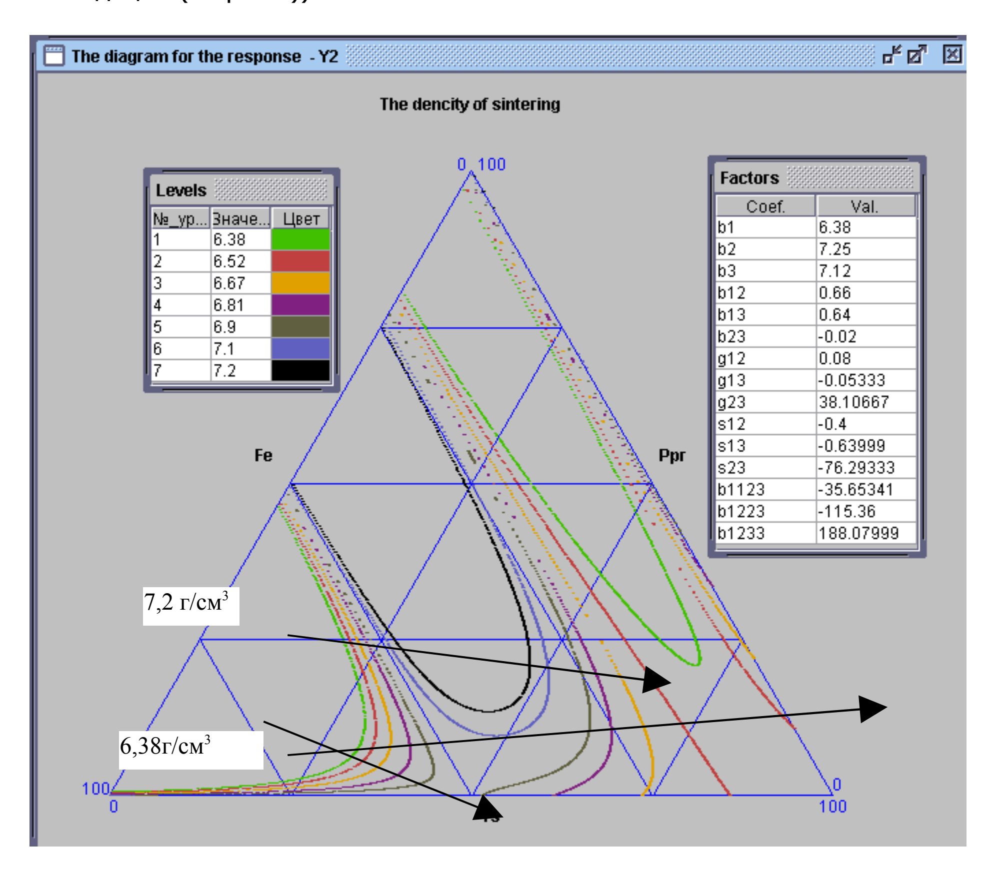


Рис.6. Изменение плотности (изолинии, например 7,2 г/см3) спеченного материала на основе железных порошков ASC 100.29 + 0,5 % HWC и ПЖВ2.160.24 (указаны изолинии достигнутой плотности: максимальная 7,2 г/см³, минимальная 6,38г/см³)

Таким образом может быть оценено множество разнообразных характеристик материалов. Они могут быть классифицированы и систематизированы в некую общую систему (например, «Порошковые материалы») или частную подсистему (например, «Конструкционные материалы», «Материалы на основе железа» и т.д.), а по мере их сопоставления (например, наложением разных «картинок» друг на друга) и накопления подобных симплексных диаграмм формируется и совершенствуется библиотека (банк данных) разнообразных характеристик порошковых материалов с гарантированным уровнем технологических и служебных характеристик – прессуемости, спекаемости, прочности, коэффициента трения, износостойкоости и др. [29-32], – обеспечиваемых требуемым составом и технологией (в том числе приемлемой ценой), которые являются основой для дальнейшего эффективного их использования.

Первичная система подбора могокомпонентных составов апробирована на ряде материалов и является открытой для её совершенствования (см. http//:InfoTKM-PM.exponenta.ru; www.de.dstu.edu.ru) и перспективной (несколько отдаленной) для её выстраивания в глобальную информационно-аналитическую систему (например, «Композиционные порошковые материалы для машиностроения» (как электронный прообраз [6]).

Выводы. Созданы научные основы, получены и апробированы оригинальные прикладные технологические решения по подготовки композиционных порошков к переработке в функциональные материалы и изделия. Совершенствуется и развивается новое направление в порошковой металлургии – получение порошков с наперед заданными свойствами, – заключающееся в придании частице порошка характеристик системы необходимых компонентов в условиях гетерогенного термосинтеза микрокомпозитов в вибрирующем слое. По мере накопления информационного ресурса создается и совершенствуется информационно-аналитическая система мониторинга, проектирования и тестирования порошковых материалов с возможностью формализованного (справочного) выбора требующегося материала, технологии его получения и необходимых свойств. Получены разнообразные виды композиционных порошков, в том числе с фиксацией ультратонких – субмикронных и нанометрических составляющих, обеспечивающих технологические преимущества (уменьшение давления прессования, снижение температуры спекания) при их переработке в качественные конкурентоспособные конструкционные, антифрикционные, магнитные, фильтровые изделия для машиностроения, металлообработки и электротехники.

Библиографический список

1. А.с.603823 СССР. Печь для получения металлических порошков /Л.В.Красниченко, В.Г.Люлько. – Опубл. в БИ, 1978. – № 15.
2. А.с. 784986 СССР. Способ обработки порошка / Л.В.Красниченко, В.Г. Люлько и др. – Опубл. в БИ, 1980. – №4.
3. *Люлько В.Г.* Довосстановительный отжиг железного порошка в вибрирующем слое / В.Г.Люлько, Л.В.Красниченко, В.И.Литвиненко, В.Д.Кишко // Порошковая металлургия. – 1979. – № 7. – С.1-5.

4. Способ получения металлизированной шихты: пат. 2122924. Российская Федерация /А.И.Афанасьев, В.Г.Люлько, В.Ф.Некрасов и др. – Опубл. в БИ, 1998. – № 41.
5. *Анциферов В.Н., Малиновская Н.П.* Развитие работ в области создания новых классов функциональных порошковых материалов: сб.тр. науч.-техн.конф. при междунар.выставке «МетМаш-2005». – Ростов-н/Д, 2005. – 5 с.
6. Металлические порошки и порошковые материалы / Б.Н. Бабич, Е.В.Вершинина, В. Г.Люлько и др.; под ред. Ю.В.Левинский. – М.: Экомет, 2005. – 520с.
7. *Дорожкин Н.Н.* Получение порошковых изделий и покрытий из материалов на железной основе / Н.Н.Дорожкин, Г.Г.Горанский, В.Г.Люлько и др. / БелНИИНТИ и ТЭИ Госплана БССР. – Минск, 1990. – 89 с.
8. Leading the bonding revolution. Hoeganes Crporation. MPR, Oct.2003.18 P.
9. Hoeganes AB. Sweden. HIPIN-99. CD-Rom. 1999.
10. Diamond Tool Binder. Ecka Granules.Metal-Powder-Technologies. DS/01.02. - 4P.
11. Metal Injection Moulding. Process-Properties et Testing –Technical Guidelines –MIM Desing –Case Studies –Standards. EPMA.www.epma.com. 2004. - 34P.
12. Талако Т.Л. О возможности использования метода СВС для получения нанокристаллических порошков / Т.Л.Талако, П.А.Витязь, А.В.Беляев и др. // Порошковая металлургия: респуб. межвед. сб.науч.тр. – Минск. Вып.27. НАНБ. – 2004. – С.78-83.
13. Мир нанотехнологий. Декабрь 2004.CD. Nanotechnology News Network. www.nanonewsnet.ru, www.nanonewsnet.com, www.-nanobot.ru, www.mno.ru
14. *Левинский Ю.В.* Внутреннеокисленные и внутреннеазотированные наноматериалы / Ю.В.Левинский. – М.: Экомет, 2007. – 400 с.
15. Danninger H. et al. Nanostructural effects in Powder Sintered Mo-Steel. //PM-2004.World Congress. Vienna, Session 26-32-38. 2004
16. Oleinikov D.V.,Lyulko V.G. et.al. The laboratory installation for making of metallized diamond powders in the vibrating fluidized bed // Proceed. PM-Euro-99, – Turin, 1999, pp.117-119.
17. Hlebunov S.A., Lyulko V.G., et.al Composite Materials on the Basis Powders Fe – S, Making in the Vibrating Layer // World Congress PM-98, Spain, Granada. Proceed. Vol.1.1998. – P. 257-261.
18. Членов В.А., Михайлов Н.В. Виброкипящий слой. – М.: Наука, 1972. – 344 с.
19. Lyulko V.G.,.Shalunov E.P. et al.3D /2D- Modelle fuer Gefuege-und Eigenschafteninterpretation von Al2O3-TiO2-Ti(C,N)–dispersionverfestigner Kupferverbundwerkstoffen // Proc.15-th Int.Plansee-Seminar, Vol.1, Reute, 2001. – P. 351-358.

20. Lyulko V.G., Vasilyew V.M., Martirosjan R.A. et al. Mathematical Model for Diffusion Calculation During Building-up of Composite Powders by Heat Treatment of the Vibrating Layer // Euro-PM-95. – Birmingham, 1995. – P.156-159.
21. Lyulko V.G., Shugai K.K.et.al Possibilitees of the Vibrating Layer Technology for Metal and Ceramic Powders Sintering Preparation // Proceed. of «Sintering-95». Haikou, China, 1995, pp. 154-157.
22. Lyulko V., Vasilyev V., Malaya E. Microstructure and Properties of the Iron-Phosphorus Structural Powder Materials // Advances in Structural PM Component: Proc. of the European Conf., Germany, Oct.15-17. -Munich, 1997.
23. *Маслюк В.А.* Слоистые магнитно-мягкие материалы на основе композиционных порошков железа / В.А.Маслюк, О.А.Панасюк, В.Г.Люлько, В.Я.Куровский, С.А. Малофеева // Вестник ПГУ. – Вып.9, 2003. – С.48-53.
24. Panasyuk O., Maslyuk V., Danninger H., Lyulko V. Origination and Investigation of Properties of Powder Magnetic-Soft Materials, Based on the Iron Powders, Clad with Metal and Non-Metal Components //Powder Metallurgy-2004.World Congress. – Vienna, Proc. Vol.3, 2004. – P.110-115.
25. *Зедгинидзе И.Г.* Планирование эксперимента для исследования многокомпонентных систем / И.Г.Зедгинидзе. – М.: Наука, 1976. – 390 с.
26. Шугай К.К., Люлько В.Г. Практика производства порошковых деталей с улучшенным комплексом свойств в условиях мелкосерийного и малотоннажного производства // Металлургия-2001: сб.тр.конф.-выставки 19-21 сент., 2001. – Ростов н/Д, 2001. – С.48-51.
27. Lyulko V.G., Jmailov B.B. Oleinikov D.V., Lyulko A.V. et al. Perfection of graphic-analytical method for the complex analysis of powder materials under simplex polycomponental diagrams // Plansee Seminar-2005. Proceed. – Vol.1. – P.1130-1136.
28. Свидетельства № 2005611223, № 2005611224; № 2005611225 об офиц. регистр. прогр. для ЭВМ / В.Г.Люлько, Б.Б.Жмайлов, А.Г.Краснобаев, А.В.Люлько и др. Проектирование многокомпонентных порошковых материалов по симплекс-диаграммам и оптимизация их свойств. – Опубл. в БИ. – 2005. –№3. – С.109-110.
29. *Люлько А.В.* В.Подготовка аморфных порошков на основе железа к газотермическому напылению / А.В.Люлько, Г.Г.Горанский, Г.Рубанова: сб. тр. науч.-техн.конф. «Метмаш. Станкоинструмент – 2006» при междунар. выставке 6-8 сент. – Ростов н/Д, 2006.
30. *Жмайлов Б.Б.* Диагностика дисперсных систем с помощью обобщенного показателя качества. Контроль. Диагностика / Б.Б.Жмайлов, В.Г.Люлько. – 2006. – № 12. – С.44-48.
31. *Люлько А.В.* Адаптивное проектирование и тестирование многокомпонентных композиционных материалов по симплексным диаграммам «состав-свойства» / А.В.Люлько, Б.Б.Жмайлов, А.В.

Бровер //Упрочняющие технологии и покрытия.– 2007. – №9. – С. 111-115.
32. *Люлько А.В.* Реализация принципов проектирования и анализа свойств поликомпонентных композиционных материалов / А.В.Люлько, Б.Б.Жмайлов // Вестник ДГТУ.–2007. – №2. – С.53-59.

Материал поступил в редакцию 20.08.07.

V.G.LYULKO, K.K.SHUGAY, A.V.LYULKO, S.A.MALOFEEVA

DEVELOPMENT OF THERMOSYNTHESIS TECHNOLOGY IN VIBRATING LAYER OF POWDER MICROCOMPOSITES

Aspects of application of thermosynthesis technology in vibrating layer for composite powders with structural components mesa-, ultra- and nanodimensions for new niveua powders functional materials are discussed. It is submitted installation for thermosynthesis, the nomenclature of composite powders and examples nanostructures components on matrix powders of iron (Fe/P+Sn; Fe/P +Cu; Fe/Cu +P; Fe/P +Zn/ZnO) and ceramics (Al_2O_3-Cu/CuO).

ЛЮЛЬКО Валерий Григорьевич (р.1951), профессор кафедры «Технология конструкционных материалов ДГТУ, доктор технических наук (1996), Академик международной академии проблем качества (1999). Окончил РИСХМ (1973) по специальности «Технология машиностроения, металлорежущие станки и инструменты».
Научные интересы – порошковая металлургия и композиционные материалы.
Автор более 300 научных и методических работ, 12 авторских свидетельств и патентов.

ШУГАЙ Константин Константинович (р.1961), старший научный сотрудник, начальник отдела износостойких покрытий и порошковой металлургии Управления научных исследований ДГТУ, кандидат технических наук (1988).
Научные интересы: материаловедение, порошковая металлургия и композиционные материалы, дизайн порошковых материалов, изделий и конструкций.
Автор более 100 научных работ, авторских свидетельств и патентов на изобретения.

ЛЮЛЬКО Артем Валерьевич (р.1977), старший научный сотрудник ДГТУ, руководитель лаборатории (2003) «Порошковая металлургия». Окончил ДГТУ (1999). Действительный член Европейской ассоциации порошковой металлургии (ЕПМА), участник международного (Австрия-Россия-Украина) проекта Евросоюза по порошковым материалам (2004-2007 гг.).
Научные интересы: общая технология порошковой металлургии, моделирование процессов формирования свойств композиционных материалов, в том числе инструментальных покрытий, информационные технологии в технике.
Автор более 30 печатных работ.

МАЛОФЕЕВА Светлана Анатольевна, ст.преподаватель Сулинского металлургического колледжа (г.Красный Сулин, Ростовской обл.), кандидат технических наук (2004, ЮРГТУ).
Научные интересы: прикладная технология порошковой металлургии и композиционных материалов, моделирование процессов создания новых материалов, информационные технологии в технике.
Автор более 40 печатных работ, лауреат областных конкурсов учебно-методических работ в области преподавания металлургических и машиностроительных специальностей.